Page I of I

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

56~150026

(43)Date of publication of application: 20.11.1981

(51)Int.Ci.

C07C 19/02 C07C 17/16

(21)Application number : 55-052694

(71)Applicant: SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing:

21.04.1980

(72)Inventor: HABATA KIICHI

ICHIKAWA KESAJI

SHIMIZU MUTSUO

## (54) PREPARATION OF METHYL CHLORIDE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain methyl chloride in high yield and purity, at lower temperatures in a high reaction rate and a longer catalyst life in the reaction of methyl alcohol with hydrogen chloride, by using a quaternary ammonium halide salt as a catalyst.

CONSTITUTION: Methyl alcohol in an amount of about 10W30% excess, is reacted with hydrogen chloride in the presence of a quaternary ammonium halide salt, preferably a quaternary salt of pyridine, more preferably N-methyl pyridinium chloride, at about 100W200°C, preferably 130W150°C, to give methyl chloride at low temperatures at a sufficiently high reaction rate. This method has advantages as follows: very little dimethyl ether is formed as a by-product and the purification after the readily achieved due to the difficult entrainment of the catalyst by the methyl chloride. The catalyst has a very long life, and the reaction volume for a given production may be smaller than the conventional one.

			•	
				`

⊕ 日本国特許庁 (JP)

**の特件出版公開** 

の公開特許公報(A)

昭56-150026

@isi. Cl.7 C 07 C 19/02 17/16 概划起号

/元/特整學服务 7248—471 多公開 NE和66年(1981)11月20日

発明の数 1 審直請求 未請求

(全 3 页)

砂塩化メチルの製造方法

**(0) 50** 50 55 - 52694

②出 ■ №55(1980)4月21日

**09 4 4 405-**

高網市八千代町3-17-4

**令花 明 者 市川今朝治** 

海湖市下等河畔1873-2

**勿免 明 者 滑水醛夹** 

安中市機器3-11-20

の出 照 人 信息化学工業株式会社

東京都干代田区大学町2丁目6

₩1号

0代 厚 人 弁理士 山本苑一

\*\*\*

3、衰弱の参数

塩化/キルの製物方法

- 2. 等等需求の影響
  - 1. 暴露アンセニウムハライド窓の存寄下に、メートルアルコールと発化水象とを交換させることを次端をする強化メチルの需要方法。
- 3. 希腊内容和大概等

本福明政策全义《人的製造方統に異するもので ある。

報信が客とノテルアルコールとから報信メテル を物施する工が約万倍としてが、(リアルミアなど の物総を高いて確信が基とノテルアルコールとを 機械器窓をおお方法、および(2)機能強動作どの数 総を高いて起化が落とノテルアルコールとを整備 記載させる方法が割られている。

是如是冷酷后。())的智师展览特征加加工线。置

の影響をものりへらられてお説物的高くする必要 があり、アメテルエーテルの影無が多く、発電系 化も含むいとかさ不能がある。

また、他の気料及の無においては、女際機能な 数型である。他の気料及の無と同様にクタや ルメーテルが動性し続い不利があるほか、原料施 化成果にともなう水および間的により楽じた水を 無色をせて強く必要があるために多年の料エネル ターを必要とし、また反応過度が小さく、米里記 物を水面的よびノルスアルコールの方がかりな問 の無値の必要となるという不利がある。

的发生的要求的工作。1一个不是有证的600、 2000年中央中央教教教教教教授的比较级 全额用する方法(特殊等 5 4 - 1 9 7 0 4 等分報 )。 其本心性無效でかますに会議教教教教教院 大型課業機両する方法(特殊等 5 - 1 1 8 7 8 7 等金級)が経過されているが、約署の方法では及 の数数の 2 7 8 - 8 7 8 であり、資料3 数次応

148836-150028(2)

图》但用3水(1×4水、图及器以出行专取的图象 (SV) 22 20 2 7 0 ~ 7 0 0 5 " T & 7 . 2 20 3.股票的基金用的工作各类的基本多价。 医囊内室 MTHENNEWS OO - I SO TEMMINEN N. ABBURHERMANNOOF TOE つて、顔見すべきものではないという不動がある。 本领明智与は、労働協関した結果。メテルアル コールと海北水路とな風寒させるべあたり、粉袋 として器師マンモニウムルライド集を使用すると、 前もりの~200cの低い気管理を充分に大き い異応報機で簡化メデルが得られる。信期性シメ アルコーケルが参写に少ない。個単級の商金が挙 常に乗り、縁動得が生態複化メタル中へ簡件しに くが、個親路線突が大きがので微泉路に比べ一定 生産器では矢容器器が今まくてよい、などのすぐ れた海南が今と今れることを確認し、 不能明を第 888 E. 20 ...

20 下本於明を辞稿に照例する。

ようにおり、労働に悪寒的の名じる。一方での 8 て限立になると、動域な一部分解の起るため場合 が切かくなるなか、実践現代メヤル(ガス代)や への勢場の対象が起り好ましくない。したがつて より行者には反応無限を130~180でとする ことであり、これによれば労組の分別や規約は総 みず、実実の200~400での反応機関に近へ 大のに減いため、シメヤルエーテルの別を機構を わめて少ないという対点が与えられる。

※の当りは締みの容易性からはほ文気をで行うのがよいが、必要状態でも英葉えない。いずれなしても以及各社は、次応によりが出する水および全度式のメルトルコールが及び等より方面に等 気に出めない異皮および無力を含ますべきである。

協企水本とメルタルコールとの原でもの技術 いずれが必然であってもよいが、メテルアルコー ルバス当りに指数であると、臨化水路の運転率が 遊に下ってくる効率がみられるので、従来しく紹 本義明の方法で無常される無線としての無限す とせたりかれて「「窓としては、湯然的姿態」及 高級などの命からビリのとの回答線が得まして、 物にメージャルビリンのかりつづくドが好象とされる。このものは信能が悪く及応義をが大きいな む、従来の心かが参加的に比べて少数で見めの反 でを良好に落めることができる。また、反応機能 では低伏でおなてるため、反応収分との母時を呼 動かに行うことができ、物化メナル症状の高級能 総会の収定が可必である。まらにまた専門な点は 従来のか認に述べてシメヤルエーケルの創生機が 少なく、したがつて反応終了他の機能があたれて を取であり、集合によっては機能はずにそのまま 製品とすることができることである。

本與明の方法を行うにあたって。果の原産は約 100~200でとすればよい。100で以下に なると、最終機関が強くなって収率が続くなるは 4、来級額物をよび動物する水が異数数のに残る

メナルアルコールを10〜30%機関函数とすることがよく。これによれば磁化水数段容器38% 記去を磁波することができる。

**今年に、異体的異態例をあげる。** 

塞線器

内容機当りの場、整備する地で近に物がサン製の対したがサスカサムの変容等的は、ガーメヤルビリンウムイヤライドを使込み、超ガラス等を発したがらしてカナム等数より整子の実践がよの要人を止む、移門をうるりてにコントロールとながら動化が終われたとなるのでしたメヤルアルコールとを発発より増ガラス変を発して会的と、変更を複雑的に行わせた。

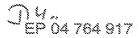
後電影上部から出てくる登録機会ガスを一まる なの影響器を発して配金したボルスび本を基ます ルプルコールを発展分離してこの影響器には除化 水器も含せれていた)。さらによりイアイス物器 されたトラップで表現等化メデルを形状にて振奏

1220356-150026(3)

した。筋器は後に戻すとおりであつた。 ただし、ジョナルエーナルの簡単様ガスクロマ トグキフィにより行つた。

<b>38 38 32</b>	. \$	8	8	•	\$	9	~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~
	3 5 8	3 8 0	1 5 0	155	8 \$ 5	3 8 8	3 \$ 9
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	太多冬	<b>类菜</b> 卷	<b>火災</b> 器	水果器	***	<b>光微</b> 纸	毫观女
<b>经保证的《产</b> 》	26.5	8.0	3 6 6	\$ 5	300	2.6 6	\$ · \$ · \$.
MHHMW		S 0. 2	2333	2 8 2.8	7 %, 0	803	22.4
144742-2 (\$/\$0) 24242 (\$/\$)	45.8	858	203.8	3 8 8 3	1888	8 8 9.3	% \$. &
表を放: 394740~ 4/系技が第	3.37	8.2 7	2.83	\$. X. S	8.8.3	8 8 4	£.\$ .\$
( %" ( ) ) ### ##############################	581	: 228	3882	3888	1403	1232	1087
2667.08		8 8.6	204.0	\$ 5,6	: 2 & 7	226.8	2040
<b>27</b> 版点り(タ) 25年20日(タイパル)	80.4 504	1188	2039	1982	1356	\$ 2 6 5	3 8 8 8
有在京都区区本(为)	9 % 2	<b>\$8.2</b>	7 8.8	\$ £ &			
194747-4864 (%)					100	\$ .8. 6	8 S. S
## ( ) \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$	3 8 6 5	288	800>	308>	394>	8.0.0	500

	, a	* * *



Extract from:

Japanese Unexamined Patent Application 56-150026

## Example

5 N-Methylpyridinium chloride was charged to a glass reaction vessel fitted with a glass bubble plate column at the bottom, with internal volume 500 ml and diameter 50 mm; the temperature was raised to 150°C whilst supplying some nitrogen gas from the base of the column through the glass bubble plates; introduction of nitrogen gas was stopped; and reaction was carried out continuously by supplying hydrogen chloride gas and gaseous methyl alcohol through the bubble glass plate from the base of the column, whilst regulating the temperature inside the vessel to 150°C.

The mixture of gases formed which emerged from the top of the reaction vessel were passed through a condenser at -20°C and by-product water and unreacted methyl alcohol were condensed and separated (the condensed liquid also contained hydrogen chloride); the methyl chloride formed was collected in liquid form in a trap cooled with dry ice. The results were as given in the Table.

25

However, the dimethyl ether measurements were carried out by means of gas chromatography.

EXPOSIBILITY VO.	<b>*</b>	C	**	4.	150	S	٣.
Commission (C)	98	130	130	130	150	133	130
They was to the	stonospheric	atmospheric	susydeouse	acmospheric	atmospherie	annostatene	atmospheric }
Amount of catalyst prepared (g.)	8	Ŗ	8	8	3	8	8
Amount of raw material supplied	30.6	20.2	233.3	152.0	79.0	803	4.
Methyl aboutol (g/mour)  Wetnogen abloride (e/hour)	200 200 200 200 200 200 200 200 200 200	45.3	203.3	139.3	200		0.4%
Mol ratio; methyl alcohol/hydrogen	1.2 1.2	27	900) 900)	 (\sqrt{3})	0.0	0.84	20.
Raw material space velocity (h'')	631	1359	2880	3825	1402	733	1057
Amount of nethyl chloride produced							
ner kon (e)	9.09	59.6	204.0	0.99	124.7	126.3	104.0
ner reaction volume (kg/m² hour)	907	388	2039	1982	1250	1265	22.
Hydrogen chloride reaction rate (%)	96.2	95.2	22.5	51.5			
Methyl alcohol reaction rate (%)	*****				8	4.00	~ %
Amount of dimethyl ether in methyl chloride (ppm)	1800	8	8	300	<u>\$</u>	300	8